

(12) SOLICITUD INTERNACIONAL PUBLICADA EN VIRTUD DEL TRATADO DE COOPERACIÓN  
 EN MATERIA DE PATENTES (PCT)

(19) Organización Mundial de la Propiedad  
 Intelectual  
 Oficina internacional



(43) Fecha de publicación internacional  
 9 de Octubre de 2003 (09.10.2003)

PCT

(10) Número de Publicación Internacional  
**WO 03/083035 A1**

(51) Clasificación Internacional de Patentes<sup>7</sup>: C12C 1/02,  
 B30B 15/30, 11/02

(21) Número de la solicitud internacional: PCT/ES02/00161

(22) Fecha de presentación internacional:  
 27 de Marzo de 2002 (27.03.2002)

(25) Idioma de presentación: español

(26) Idioma de publicación: español

(71) Solicitante (para todos los Estados designados salvo US):  
**BOSTLAN, S.A.** [ES/ES]; Barrio Trobika, Larragane  
 Bidea, 1, E-48100 Munguia (Vizcaya) (ES).

(72) Inventores; e

(75) Inventores/Solicitantes (para US solamente): **SAN PE-  
 DRO GUERRENABARRENA, Rafael** [ES/ES]; Barrio

Trobika, Larragane Bidea, 1, E-48100 Munguia (Viz-  
 caya) (ES). **GONZÁLEZ HERNÁNDEZ, Luis-Maria**  
 [ES/ES]; Barrio Trobika, Larragane Bidea, 1, E-48100  
 Munguia (Vizcaya) (ES). **BORGE BRAVO, Gregorio**  
 [ES/ES]; Barrio Trobika, Larragane Bidea, 1, E-48100  
 Munguia (Vizcaya) (ES). **ANTOLÍN GANUZA, Raquel**  
 [ES/ES]; Barrio Trobika, Larragane Bidea, 1, E-48100  
 Munguia (Vizcaya) (ES). **POSADA FERNÁNDEZ,  
 Tomás** [ES/ES]; Barrio Trobika, Larragane Bidea, 1,  
 E-48100 Mungui (Vizcaya) (ES).

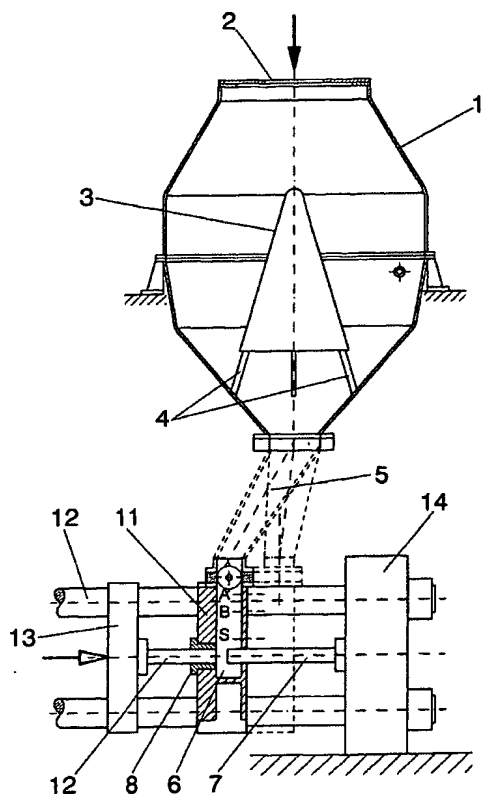
(74) Mandatario: **CARPINTERO LOPEZ, Francisco**; Her-  
 rero & Asociados, S.L., Alcalá, 35, E-28014 Madrid (ES).

(81) Estados designados (nacional): AE, AG, AL, AM, AT,  
 AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,  
 CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE,

[Continúa en la página siguiente]

(54) Title: METHOD FOR THE PRODUCTION OF HIGH-CONCENTRATION MANGANESE MINI-TABLETS FOR ALLOY-  
 ING ALUMINUM BATHS AND DEVICE FOR IMPLEMENTING SAID METHOD

(54) Título: PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACIÓN DE MINITABLETAS DE MANGANESO DE ALTA CONCENTRA-  
 CIÓN PARA LA ALEACIÓN DE BAÑOS DE ALUMINIO Y DISPOSITIVO DE EJECUCIÓN DEL MISMO



(57) Abstract: The method has the aim of obtaining Mn mini-tablets with a concentration of said metal ranging between 90 and 98%, Al particles being the binding element. The method is based on the use of ground electrolytic Mn from shales with a chemical purity of 99.7% or higher. Said product is screened with a mesh of less than 450 micra, wherein the fine powder content should be less than 15%. Moreover, atomized powder Al obtained by mechanical processes with a granulometry of between 100 and 800 micra and with over 80% of the powder being between 350 and 720 micra should be used in said method. The method is carried out in a device having a storage hopper (1), a diffuser (4) of the product in said hopper (1), a hopper (6) for compacting and shaping the mini-tablets in molds (9) in combination with pressing punches (7 and 8) and with the aid of an alveolar and dosing valve (10) mounted between the feed chamber (5) and the compacting chamber (6).

(57) Resumen: El procedimiento tiene por finalidad obtener minitables de Mn con una concentración entre el 90 y el 98% de dicho metal, siendo elemento ligante partículas de Al. El procedimiento se base en utilizar Mn electrolítico molido a partir de escamas de pureza química igual o superior al 99.7%, efectuándose un tamizado de dicho producto mediante malla de luz inferior a 450 micras, donde el contenido de polvos finos debe encontrarse por debajo del 15%. Asimismo, en el procedimiento debe utilizarse Al en polvo atomizado obtenido por procedimientos mecánicos, con una granulometría entre 100 y 800 micras y con más del 80% del polvo entre 350 y 720 micras. La ejecución del procedimiento se realiza en un dispositivo con una tolva de almacenamiento (1), un difusor (4) del producto en esa tolva (1), una tolva de compactado (6) y conformación de las minitables, en matrices (9), en combinación con unos punzones de prensado (7) y (8) y con la colaboración de una válvula alveolar y dosificadora (10) establecida entre la cámara de alimentación (5) y la cámara de compactación (6).

WO 03/083035 A1



GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), patente OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Publicada:**

— con informe de búsqueda internacional

**(84) Estados designados (regional):** patente ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), patente euroasiática (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), patente europea (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR,

*Para códigos de dos letras y otras abreviaturas, véase la sección "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" que aparece al principio de cada número regular de la Gaceta del PCT.*

**PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACIÓN DE MINITABLETAS DE MANGANESO DE ALTA CONCENTRACIÓN PARA LA ALEACIÓN DE BAÑOS DE ALUMINIO Y DISPOSITIVO DE EJECUCIÓN DEL MISMO**

5

**DESCRIPCIÓN**

**OBJETO DE LA INVENCION**

10 La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de minitables de manganeso (Mn) de alta concentración para la aleación de baños de aluminio (Al), cuya finalidad es obtener minitables de Mn con una concentración entre el 90 y el 98 % de dicho metal, para ser añadidas en la fundición de Al.

15 Es objeto de la invención obtener un producto en minitables, en el que intervienen Mn y Al en polvo, cuyo primer componente es obtenido por electrólisis y molturado, mientras que el segundo componente es polvo atomizado conseguido mediante procesos mecánicos, mezclándose y compactándose ambos componentes para obtener las minitables con alta concentración de Mn.

20 Es también objeto de la invención, el dispositivo para ejecución del procedimiento referido, dispositivo en el que tiene lugar la carga, dosificación, compactación y conformación definitiva de las minitables.

**ANTECEDENTES DE LA INVENCION**

25

La aleación de baños de aluminio con manganeso ha variado sustancialmente en las últimas décadas, de la primitiva adición de tochos de metal, que daba lugar a serios problemas de pureza de velocidad de disolución, se pasó a dos conceptos diferentes de la aleación. Por un lado, el uso de aleaciones madre, 30 consistente en aleaciones de Al y Mn con un contenido de Mn entre el 10 y el 25 %, y, por otro, la adición de polvo de Mn mediante inyección del polvo en el seno del

horno. Aunque ambas técnicas se han seguido utilizando, su empleo se ha rebajado drásticamente desde que a finales de los años setenta se introdujeron las primeras pastillas compactas de Mn. Estas pastillas, que se presentaron en su forma de tabletas, minitables o briquetas, combinan conceptos de las dos técnicas previas, aprovechan sus ventajas y disminuyen sus inconvenientes. Las pastillas consisten en polvo de Mn en una concentración generalmente superior al 75% compactados utilizando como aglomerante polvo de Al, un fundente, o una mezcla de ambos, en una concentración inferior o igual al 25%. Estos materiales redujeron considerablemente la cantidad de material frío que se añade al horno del Al en la operación de aleación en comparación con las aleaciones madre. Además, las aleaciones madre suelen contener de un 75 a un 90% de aluminio de segunda fusión, que puede dar problemas en el caldo, además de suponer un stock 4 veces superior al de los aleantes en polvo compactados. Por otro lado, son materiales de fácil manejo y que no necesitan las inversiones en equipamiento y seguridad que requiere la inyección de polvo.

El importante paso económico que se produjo al cambiar las aleaciones madre, que contienen un máximo de 25% de Mn, a los compactos aleantes, cuyo contenido en Mn es igual o supera el 75%, ha generado una presión continuada sobre los fabricantes de compactos aleantes para conseguir materiales que siendo efectivos en el proceso de aleación del baño de Al permiten a su vez aumentar la concentración de Mn en el compacto aleante. En este sentido, no se pueden encontrar en el mercado materiales que contengan un porcentaje por encima del 85% de Mn, debido fundamentalmente a los problemas de compatibilidad del Mn, un material abrasivo y poco maleable. Además, se sospecha que el material puede no disolverse tan rápidamente como los materiales compactos de menor concentración en Mn, debido a la disminución del porcentaje de Al y/o fundente, que actúan también como elementos disgregadores del compacto una vez introducido éste en el horno, tal y como recoge la literatura científica al respecto.

Ya que el elemento activo aleante de los compactos es el Mn, la

diminución del contenido en Al supone una serie de ventajas para el fundidor. La cantidad de material a añadir en el horno es menor, lo cual implica que se añade menor material frío al baño de Al, y que se reducen los stocks de materias primas. Del mismo modo, se produce una baja en los costes de transporte de material, que serán sensiblemente inferiores a los de los compactos del 75% o el 80%. Además de esto, el precio de los productos depende menos del valor del Al, sujeto a los cambios de su cotización en bolsa (London Metal Exchange), y al ser actualmente más caro el Al que el Mn, el coste del conjunto de las materias primas empleadas en la producción también sería inferior. Finalmente, hay que considerar que el fundidor/usuario no está interesado en añadir a su horno un material (polvo de Al) que él mismo puede vender y que además tiene un valor añadido por atomización que se pierde al fundirlo de nuevo.

A pesar de estas ventajas económicas, no se ha constatado la existencia en el mercado de materiales compactos de Mn con una concentración superior o igual al 90%. La consecución de este objetivo plantea una serie de retos científicos a la hora de conseguir producir en continuo estos materiales. Por un lado, la experiencia indica que el proceso de prensado debe mejorarse para permitir alcanzar estos porcentajes de Mn. Por otro, las materias primas tienen una serie de factores que pueden ser modificados a la hora de conseguir mejores prestaciones. Además, resulta necesario comprobar si verdaderamente es necesario disponer en el horno de compactos con concentraciones de polvo de Al superiores al 10% ó al 15% para que la velocidad de disolución del Mn sea aceptable, o si compactos con menos de un 10% de Al se disuelven en el horno con velocidad adecuada.

El presente estudio se centra en la producción en continuo y comportamiento en el horno de Al de minitables aleantes (de forma cilíndrica) que contienen Mn en concentración superior al 90%, siendo Al el material restante. Aunque sería deseable contar con esta concentración también en tabletas de tamaño estándar, la necesidad de aplicar presiones elevadas al material hace que el estudio se complique si el tamaño del diámetro del compacto es superior a 40 mm. Por otro

lado, los fundentes se rechazaron inicialmente en este estudio en cuanto se trata de materiales cuya acción aglomerante es muy inferior a la del Al en polvo.

5           Respecto a las materias primas a utilizar, el Mn es la primera limitación del estudio. Los requisitos químicos de los baños de Al suponen la utilización de Mn de alta pureza química, por encima generalmente del 99.7% de pureza, lo cual solo se puede asegurar si el Mn se produce mediante electrólisis. Actualmente solo se produce Mn electrolítico en la República Sudafricana y en la República Popular China, lo cual reduce las posibilidades de encontrar materiales con especificaciones  
10           diversas. El Mn, que habitualmente se encuentra en forma de escamas, debe ser pasado a polvo mediante molturación. El material habitualmente utilizado en la compactación de minitables de Mn presenta un tamaño de grano inferior a 450 micras. El polvo de Mn es altamente abrasivo, comportamiento que se ve favorecido si la cantidad de finos (polvo por debajo de 100 micras) aumenta, y que afecta  
15           directamente a la calidad el prensado y a la vida media de los materiales (punzones y camisa) de la prensa en que se compacta el material.

          La situación es muy diferente en lo que respecta al polvo de Al implicado. Existe en el mercado una gran variedad de polvos de Al que se pueden  
20           usar en procesos industriales en continuo y con diferentes aplicaciones. En el caso de la compactación de semitables de Mn, es habitual utilizar fracciones de Al que se encuentran por encima de las 100 micras y por debajo de las 1000 micras en lo que al tamaño de grano se refiere. Estas fracciones son lo que en general los productores de Al en polvo entiende como subproducto en sus procesos de producción, en tanto en  
25           que son las fracciones finas de Al (por debajo de 100 micras) las que debido a la capacidad explosiva del Al encuentran aplicaciones de gran interés en aeronáutica o pirotecnia. Este hecho hace que de nuevo la producción de un material de características específicas para la compactación de tablets de Mn, se encuentre sesgada o supeditada a las condiciones de producción independientes de la aplicación  
30           que se quiere estudiar en este trabajo.

En general, el Al utilizado en la producción de minitables de Mn es un polvo atomizado por gas, aunque también pueden utilizarse materiales obtenidos mediante procedimientos de atomización mecanizada, materiales recocidos, virutas o micronizadas. En general, son los polvos atomizados los más adecuados a las exigencias de las grandes funciones de Al.

En la producción de las minitables de Mn, el Al actúa como aglomerante, mientras que el Mn electrolítico, altamente abrasivo y poco maleable, es un material que en solitario no compacta. Las mejoras en el proceso parecen pasar por una aplicación sobre el material de mayores presiones que permitan la compactación de estos materiales. Aparte de la utilización de grupos hidráulicos de mayor rendimiento y de la aplicación de mayores esfuerzos en los punzones de prensado. Otra posibilidad viene de la reducción del diámetro de las minitables, ya que en una menor superficie de aplicación de la fuerza da lugar a una mayor presión efectiva. Esto supone un problema a nivel industrial, puesto que minitables de un menor diámetro dan lugar a una productividad inferior (las minitables pesan menos). Para evitar este problema, es necesario trabajar con varios punzones a la vez, y el proceso de prensado debe ser eficaz para todas las minitables fabricadas en un ciclo. Ello implica que todas las camisas debe llenarse adecuadamente con el material a compactar, que éste debe estar adecuadamente mezclado y no ser diferente en cada una de las camisas en que se reciben, y que el material debe fluir bien hasta estas camisas. En este sentido, es muy importante evitar que la mezcla de los polvos de Mn y Al no se segregue en ningún momento del proceso (problema que puede producirse con facilidad al ser ambos materiales de muy diferentes densidades) y, por otro lado, que el equipamiento esté dimensionado de manera adecuada para aplicar la presión necesaria para la compactación.

## DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

El procedimiento que se preconiza permite superar los problemas y dificultades que se ha comentado en el apartado anterior, para lo cual se ha previsto

que, a partir de los dos componentes utilizados y que debe mezclarse, los cuales son Mn y Al, la compactación de minitabletas de Mn de concentración superior al 90% se realizará mediante la utilización de Mn obtenido por electrólisis y molturado a partir de escamas de Mn de pureza química igual o superior al 99.7%, al que se somete a un proceso de tamizado mediante malla con una luz inferior a 450 micras; con la particularidad de que el proceso de molturación del Mn es controlado para que el contenido de polvos finos de Mn, con un tamaño inferior a 100 micras, no sea superior al 15%, ya que por encima de este porcentaje no se puede asegurar la compactación de minitabletas de Mn con más del 90% de Mn en su composición.

El procedimiento incluye igualmente el hecho de que el Al más apropiado para conseguir la compactación de las minitabletas de Mn, sea polvo atomizado que se obtiene mediante procesos mecánicos, con una granulología controlada, siendo sus intervalos nominales de tamaño de grano entre 100 micras y 800 micras, con más de un 80% de polvo entre 350 y 720 micras.

Dicha distribución de grano resulta suficientemente gruesa como para permitir la compactación del material, y lo suficientemente fina como para no retrasar la velocidad de disolución, al haberse rebajado el número de granos de Al con el aumento de la concentración de Mn en la minitableta.

La invención se refiere también al dispositivo para la ejecución del procedimiento referido, constituido a partir de una tolva de recepción de la mezcla de Mn y Al con las características anteriormente referidas, existiendo en dicha tolva un difusor central del producto que obliga a éste a fluir por los laterales de la tolva para evitar que la mezcla alcance directamente la alimentación de una segunda tolva que descarga en la respectiva cámara de prensado o de compactación, en la que actuarán unos punzones de prensado.

El dispositivo cuenta con medios apropiados que permiten mantener controladamente unos niveles máximo, mínimo y de seguridad, en la cámara de



compactación, para que ésta se encuentre permanentemente con un nivel de llenado tal que ninguno de los punzones intente realizar una compactación en vacío.

5 El dispositivo incluye, como una de las características fundamentales de novedad, además del referido difusor central, una válvula alveolar de dosificación dispuesta entre la tolva de alimentación y la cámara de compactación, existiendo en ésta una serie de matrices que van montadas en un soporte solidario de la propia tolva de alimentación, de manera que el conjunto de soporte-tolva es susceptible de  
10 discurrir por unas guías, en un sentido u otro, por efecto de un dispositivo neumático, sobre cuyas guías va a su vez montado un soporte de punzones móviles que también es accionado mediante un cilindro neumático, de manera que el movimiento soporte-tolva es independiente del movimiento de los punzones móviles, aunque tales movimientos deben ser sincronizados para llenar, presionar, compactar y expulsar la minitableta conformada.

15 Además del difusor central ya referido y del emplazamiento y utilización de la válvula alveolar dosificadora, el dispositivo incluye también como característica de novedad, tres medios de control eléctrico, para controlar el nivel máximo, un nivel mínimo y el nivel de seguridad, correspondientes al llenado de la cámara de  
20 compactación.

## DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

25 Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características del invento, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica del mismo, se acompaña como parte integrante de dicha descripción, un juego de dibujos en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

30 La figura 1.- Muestra la gráfica correspondiente a la granulometría tipo del Mn utilizado en el procedimiento de la invención. El eje Y contiene unos

intervalos del tamaño del grano en milímetros, y el eje X el porcentaje en volumen de cada fracción. La granulometría se realizó mediante difracción láser e introducción de la muestra por vía seca.

5                    La figura 2.- Muestra una representación correspondiente a la micrografía del polvo de Al en gránulos utilizados en el procedimiento de la invención.

10                    La figura 3.- Muestra la gráfica correspondiente a la granulometría tipo del Al utilizado en el procedimiento de la invención. El eje Y contiene los intervalos del tamaño del grano en milímetros, y el eje X el porcentaje en peso de cada fracción. La granulometría se realizó mediante torre de tamices.

15                    La figura 4.- Muestra una vista en alzado lateral esquemática, con parte seccionada, del dispositivo para la ejecución del procedimiento de la invención.

La figura 5.- Muestra una vista en alzado, en este caso frontal y seccionada, del mismo dispositivo de la figura anterior.

## 20                    **REALIZACIÓN PREFERENTE DE LA INVENCION**

25                    El procedimiento de la invención, previsto para obtener minitables de Mn por compactación, con una concentración superior al 90% de este metal, se basa en utilizar Mn electrolítico molturado a partir de escamas de Mn de pureza química igual o superior al 99.7%, efectuándose un tamizado del producto mediante malla de luz inferior a 450 micras, puesto que se ha comprobado que materiales que contengan fracciones importantes de tamaño de grano superior dan lugar a velocidades de disolución muy bajas en el horno de aluminio. El proceso de molturación es controlado para que el contenido de polvos finos de Mn (por debajo de 100 micras) no sea superior a un 15%, ya que por encima de este porcentaje se ha comprobado que no puede asegurarse la compactación de minitables con mas de un 90% de Mn en su composición. En la figura 1 se deja ver la gráfica correspondiente a la

30

granulometría tipo del Mn utilizado.

Las pruebas realizadas indican que el polvo Al mas apropiado para la compactación de tabletas de Mn con concentración superior al 90%, es el polvo atomizado mediante procedimientos mecánicos, debiéndose el comportamiento especial de este polvo Al a su estructura, en forma de gránulos esponjosos que permiten una fluidez adecuada sobre las superficies metálicas de tolvas, pero que mantiene suficientes huecos de aire en el interior de los granos que permiten una mayor compresibilidad del material. En la figura 2 se muestra la micrografía del polvo de Al en granos, según una ampliación al microscopio de este tipo de polvo.

El referido polvo de Al tiene además una granulometría controlada, siendo sus intervalos nominales de tamaño de grano entre 100 y 800 micras, con más de un 80% de polvo entre 350 y 720 micras. Esta distribución de grano es lo suficientemente gruesa como para permitir la compactación del material, y lo suficientemente fina como para no retrasar la velocidad de disolución al haberse rebajado el número de granos de Al (que inician la reacción de disolución del Mn de la minitableta en el horno) con el aumento de la concentración de Mn en la minitableta. En la figura 3 se ve la gráfica correspondiente a la granulometría tipo de Al en granos utilizado.

El dispositivo para la ejecución del procedimiento, se representa en las figuras 4 y 5, comprendiendo una tolva (1) de recepción y almacenamiento de la mezcla que se introduce a través de la correspondiente boca de llenado (2), mezcla que como ya se ha dicho es de Mn y Al. La mezcla ha de ser homogénea y en la recepción sobre la tolva (1) incide sobre un difusor (3) establecido centralmente, difusor (3) que tiene una configuración cónica y está apoyado a través de unas patas (4), de manera que ese difusor obliga al producto a fluir por los laterales de la tolva (1) y nunca directamente sobre la tolva de alimentación (5) prevista a la salida de la tolva (1) y desde cuya tolva (5) el producto accede a la tolva de compactación (6). El difusor (3) evita los efectos de segregación del producto y asegura una fluidez en

continuo en el mismo nivel de producto dentro de la tolva (1). La tolva de compactación (6) es una continuación vertical de la tolva de alimentación (5), de manera que aquella determina una cámara que mantiene un nivel de producto y en la que se realiza la compactación mediante unos punzones fijos (7) y unos punzones móviles (8).

En la tolva de compactación (6) están establecidas una serie de matrices (9), en número variable y en función de las dimensiones del dispositivo, a cuyas matrices (9) accede el producto o mezcla en polvo de Mn y Al a través de una válvula alveolar (10) intercalada entre la salida de la tolva de alimentación (5) y la tolva de compactación (6), de manera que a través de esa válvula se va cargando dosificadamente el producto sobre cada una de las matrices (9), ya que la válvula alveolar (10) constituye una especie de tambores-sectores que se van cargando con una cantidad determinada de producto para que cuando dicha válvula gire un ángulo, la carga del sector correspondiente descargue sobre la tolva de compactación (6) y el producto alcance la correspondiente matriz (9). Las matrices están previstas en un soporte (11) que es solidario de la propia tolva de compactación (6), y ese conjunto soporte-tolva va montado sobre unas guías (12), a lo largo de las cuales puede desplazarse en un sentido y otro por efecto de un dispositivo neumático, y sobre cuyas guías (12) va a su vez montado un soporte (13) de los correspondientes punzones móviles (8), siendo ese soporte (8) accionado también por un cilindro o dispositivo neumático. El movimiento de soporte-tolva es independiente del movimiento de los punzones móviles, aunque tales movimientos deben ser sincronizados para llenar, presionar, compactar y expulsar la minitableta conformada.

25

Los punzones fijos (7) están dispuestos enfrentadamente de forma coaxial a los punzones móviles (8), estando aquellos montados sobre un soporte estático (14).

30

De esta manera, cuando el soporte (11) con la tolva de compactación (6) avanza, se llena la matriz (9), para entrar seguidamente en funcionamiento el punzón móvil (8) que avanza y compacta el material situado entre él y el punzón fijo (7). A

continuación retrocede el punzón móvil (8) y el conjunto soporte-tolva avanza ligeramente para que el punzón fijo (7) expulse la minitableta, reiniciándose seguidamente el ciclo.

5                   Es imprescindible en dicho dispositivo mantener un nivel mínimo de columna de producto en la cámara de compactación (6), para que ninguno de los punzones intente compactar una matriz vacía, lo que significaría la rotura de punzones y columna o cámara. Ese nivel se mantiene mediante el uso de tres controles eléctricos y la ya comentada válvula alveolar (10), controles que  
10                   corresponden a las referencias A, B y S, y que indican, el nivel máximo, el nivel mínimo y el nivel de seguridad del producto en la cámara de compactación (6), todo ello de manera tal que el nivel de seguridad S hace que si el producto desciende de dicho nivel el dispositivo se pare, porque existirá peligro de vaciado de la cámara, mientras que el nivel B es el nivel de producto que permite mantener un peso de  
15                   columna reproducible capaz de asegurar una fluidez adecuada y un llenado homogéneo y reproducible en todos los punzones. Cuando el producto ha alcanzado ese nivel, la válvula alveolar (10) se abre y se dispensa más producto procedente de la tolva, cerrándose dicha válvula alveolar (10) cuando el producto llega al nivel máximo A.

20                   Para obtener una compactación adecuada de la semitableta de concentración de Mn igual o superior al 90% es necesario trabajar con punzones capaces de aplicar una presión 7500 Kg/cm<sup>2</sup> de punzón. En un ejemplo práctico se ha comprobado la resistencia mecánica del producto obtenido con un 90% y un 95% de  
25                   Mn, en las condiciones explicadas, comprobación de resistencia mecánica que se ha realizado mediante un test de caída consistente en dejar caer sobre un suelo de cemento varias minitabletas desde 1 m de altura, registrando el número de golpes registrados para su rotura y para la pérdida de un 2% de peso de la minitableta.

30

	Minis Mn 90%	Minis Mn 95 %
Número de tests	5	5
Caídas para pérdida 2 % peso	$3 \pm 1$	$1.3 \pm 0.6$
Caídas para ruptura	$3.7 \pm 0.6$	$2.3 \pm 0.3$

- 5 Se han realizado pruebas de disolución de estas minitabletas de Mn con concentraciones iguales o superiores al 90% en baños de Al, habiéndose utilizado para ello un horno semi-industrial de 400 kg de Al de capacidad, de calentamiento mediante gas y rotatorio. Los experimentos se ha realizado siguiendo procesos estándar y habituales para la adición de minitabletas, el descoriado del baño, la agitación y la toma de muestra. Las muestras se analizaron mediante espectrofotometría de chispa.

## REIVINDICACIONES

1<sup>a</sup>.- Procedimiento para la fabricación de minitables de manganeso de alta concentración para la aleación de baños de aluminio, que teniendo por finalidad  
5 obtener minitables o tablets de Mn con una concentración entre el 90 y el 98 % de dicho metal, a partir de una mezcla de Mn y de Al en polvo, para la aleación de baños de aluminio y otros metales, se caracteriza porque consiste en utilizar Mn electrolítico molido, a partir de escamas de pureza química igual o superior al 99.7%, y Al en polvo atomizado por medios mecánicos, con una granulometría  
10 controlada entre 100 y 800 micras, y con más de un 80% del polvo entre 350 y 720 micras, efectuándose un control de la molidura de Mn para impedir que el contenido de polvos finos de Mn sea inferior al 15%.

2<sup>a</sup>.- Procedimiento para la fabricación de minitables de manganeso de alta concentración para la aleación de baños de aluminio, según reivindicación 1<sup>a</sup>,  
15 caracterizado porque el Mn electrolítico molido es sometido a un proceso de tamizado mediante malla de luz inferior a 450 micras.

3<sup>a</sup>.- Procedimiento para la fabricación de minitables de manganeso de alta concentración para la aleación de baños de aluminio, según reivindicaciones  
20 anteriores, caracterizado porque el nivel de la mezcla de Mn y Al, en el interior del medio de compactación correspondiente, es controlado mediante respectivos sensores para mantener dicho nivel de mezcla entre unos límites que aseguren la ejecución de la propia compactación.

25 4<sup>a</sup>.- Dispositivo de fabricación de minitables de Mn de alta concentración para la aleación de baños de aluminio, que estando previsto para la ejecución del procedimiento de las reivindicaciones precedentes, partiendo de una mezcla de polvo de Mn electrolítico molido y Al en polvo atomizado,  
30 incluyendo el dispositivo una tolva de almacenamiento y recepción de la mezcla, así como medios de compactado en una cámara de compactación apropiada con

matrices en las que se conforman las minitables, incluyendo además punzones de prensado y de expulsión de las tabletas conformadas, se caracteriza porque en la tolva de almacenamiento (1) se ha previsto un difusor central (3) que desvía el producto hacia los laterales de la tolva, evitando el paso directo de dicho producto hacia la cámara de alimentación (5) y de compactación (6) correspondientes, incluyendo entre la tolva de alimentación (5) y la tolva de compactación (6) una válvula alveolar (10) para dosificado de producto hacia las correspondientes matrices (9) que forman parte de la cámara de compactación (6) y en las que se conforman las minitables; habiéndose previsto que dicha válvula alveolar (10) esté dividida sectorialmente para ir suministrando unitariamente dosis del producto hacia la cámara de compactación (6), produciéndose el llenado de cada una de las matrices (9) para la posterior compactación, conformación de la minitables y expulsión de éstas mediante los correspondientes punzones fijos (7), los cuales en combinación con otros punzones móviles (8) realizan el compactado y prensado del producto en las matrices (9).

5<sup>a</sup>.- Dispositivo de fabricación de minitables de Mn de lata concentración para la aleación de baños de aluminio, según reivindicación 4<sup>a</sup>, caracterizado porque incluye tres sensores eléctricos de nivel del producto en el interior de la cámara de compactación (6), para controlar el nivel máximo A, el nivel mínimo B y el nivel de seguridad S, que determinen una correcta compactación del producto en las matrices (9).



1/5

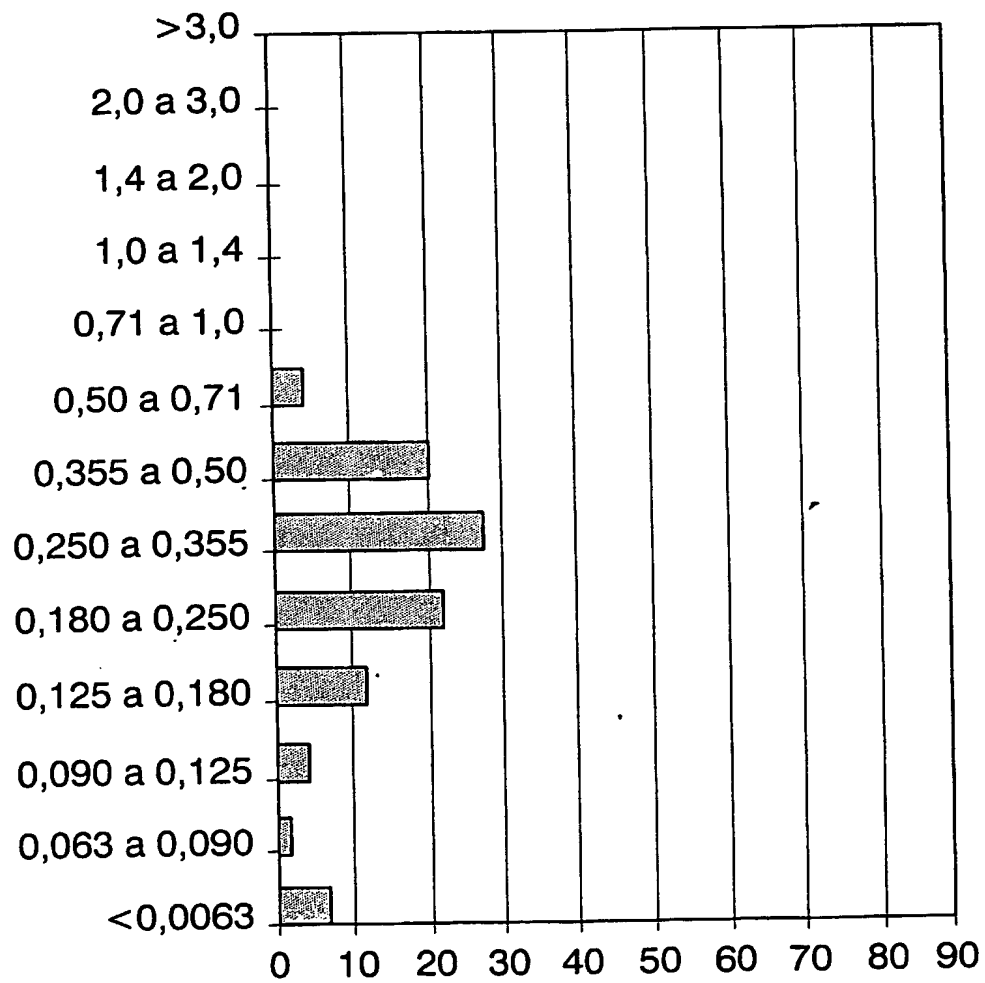


FIG.1

2/5



FIG.2

3/5

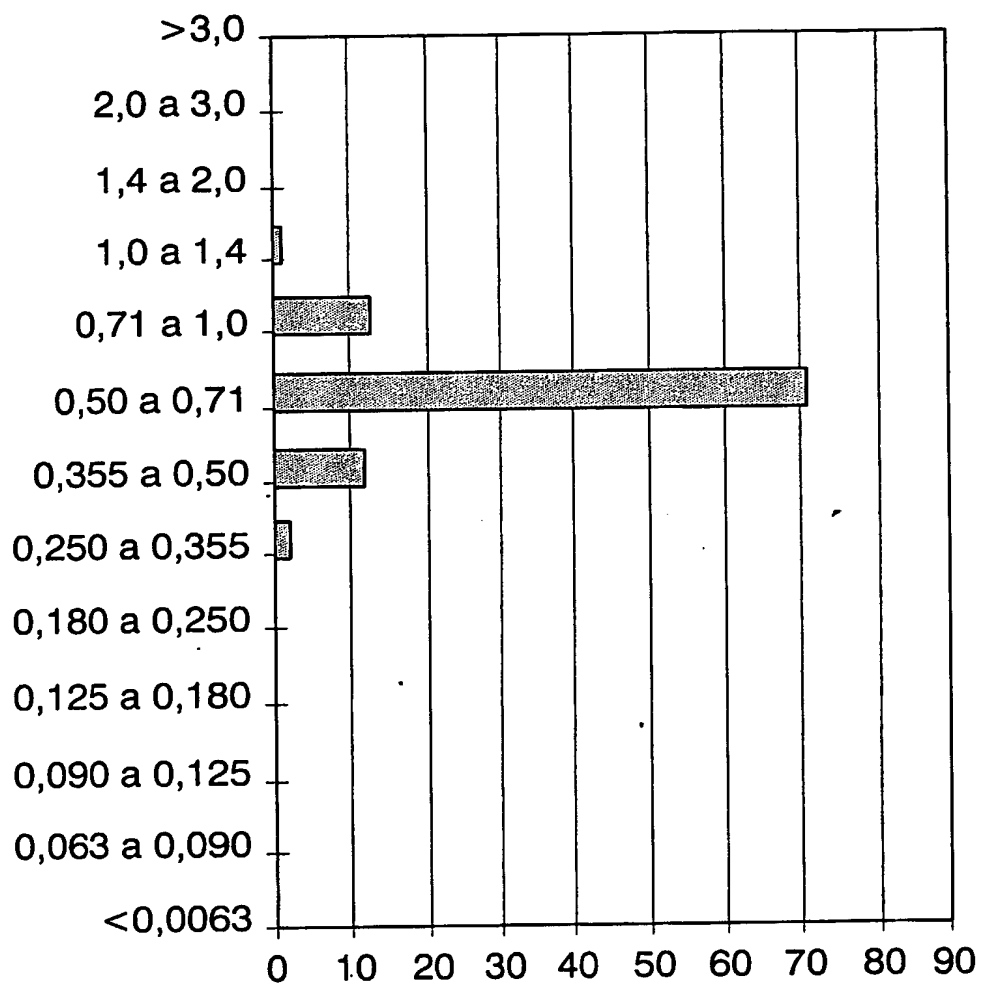


FIG.3

4/5

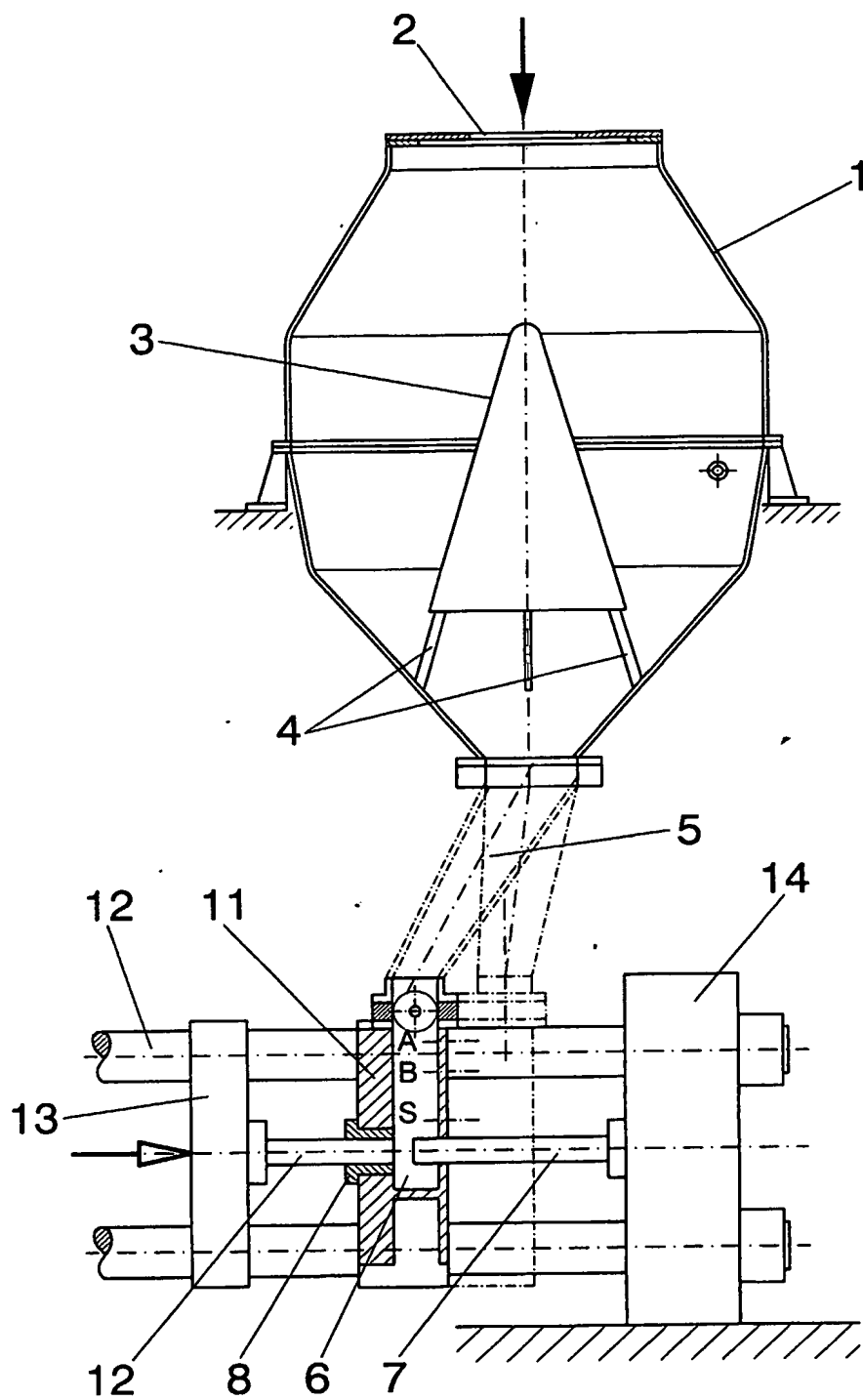


FIG.4

5/5

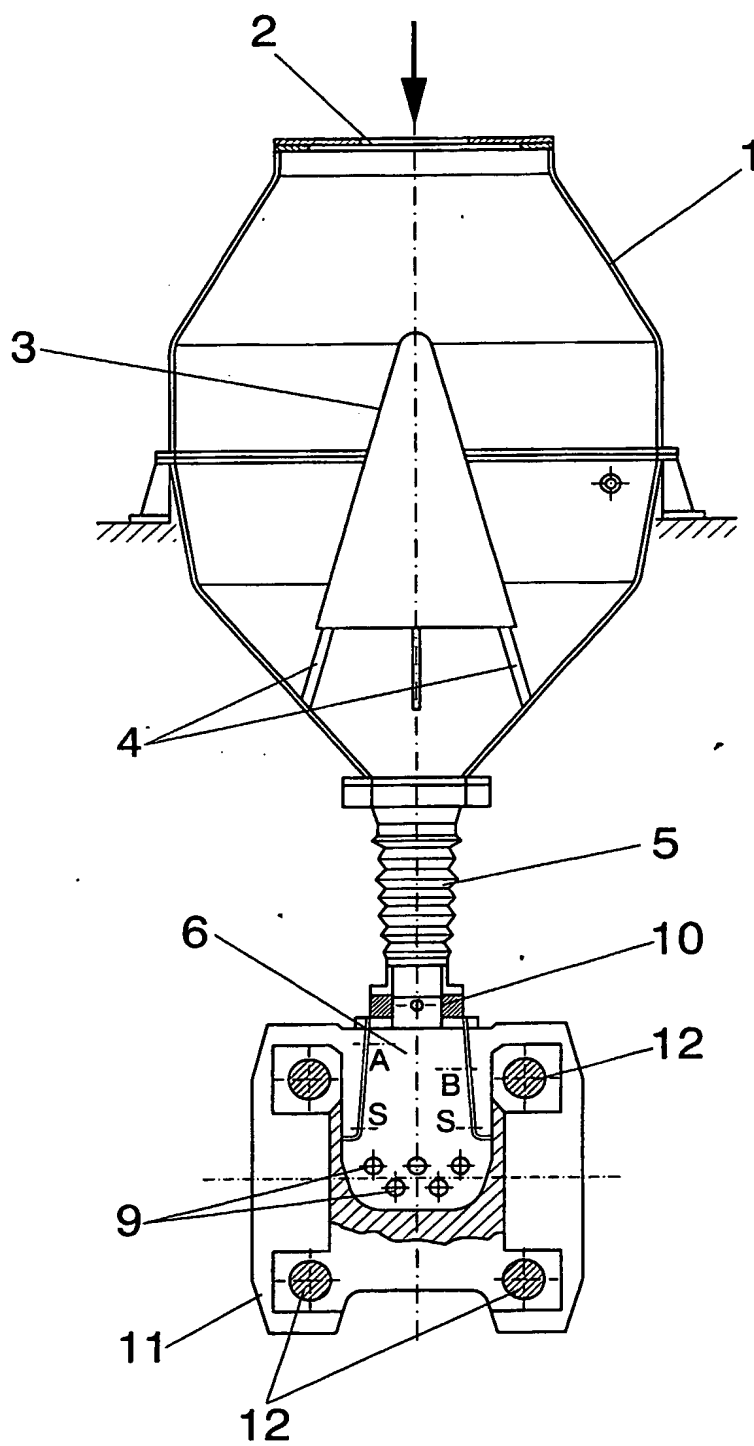


FIG.5

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/ES02/00161

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC <sup>7</sup> **C22C1/02, B30B15/30, 11/02**

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC <sup>7</sup> **C22C1/02, C22C21/00, B30B11, B30B15/30, B22F**

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

**EPODOC, WPI, PAJ, CIBEPAT**

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US4171215 A (DREMAN) 16.10.1979, column 1, lines 65-68; column 2, lines 21-33; column 3, lines 8-27; column 5, lines 35,36.	1 2
A	US4581069 A (ZUBER) 08.04.1986, column 2, lines 21-25; column 3, lines 3-5, 25-32; column 4, lines 22-25; <b>claims</b> 10-14.	1, 2
Y	WO9732716 A1 (SCHERING AG) 12.09.1997, <b>the whole document</b>	4, 5
Y	US5910324 A (KOCH) 08.06.1999, column 3, lines 50-53; figure 1.	4, 5
A	DE19530295 C1 (EOS GmbH ELECTRO OPTICAL SYSTEMS) 30.01.1997, column 1, lines 48-52; column 3, lines 12-34; figure 2.	4

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

**12 JULY 2002 (12.07.02)**

Date of mailing of the international search report

**15 JUL 2002****15. 07. 02**

Name and mailing address of the ISA/

**S.P.T.O.**

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/ES02/00161

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP59-004999 A (TOSHIBA CORP) 11.01.1984 <b>(the abstract)</b> [CD-ROM]. <b>retrieved from</b> : Patent Abstracts of Japan.	3, 5
A	US3935004 A (FAUNCE) 27.01.1976, column 4, line 22 – column 5, line 22.	1, 2
A	US3941588 A (DREMANN) 02.03.1976, column 4, lines 18-26, 52-55; column 5; lines 37-59.	1, 2
A	US4564393 A (MURRAY et al.) 14.01.1986, <b>claims</b> 1, 3, 7, 9, 13.	1, 2
A	US4880462 A (MEYER-GRUNÖW) 14.11.1989, column 1, lines 55-64; column 2, lines 32, 33, 58-60; column 3, lines 9-20, 32-40.	1, 2
A	US4595558 A (BALDWIN et al.) 17.06.1986, <b>the whole document</b>	1, 2
A	US3788839 A (FAUNCE) 29.01.1974, <b>the whole document</b>	1, 2
A	GB2117409 A (SOLMET ALLOYS LIMITED) 12.10.1983, <b>the whole document</b>	1, 2

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International Application No

PCT/ES02/00161

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US4171215 A	16.10.1979	NONE	
US4581069 A	08.04.1986	NONE	
WO9732716 A1	12.09.1997	EP0885113 AB AT192075 T JP2000506070 T DE59605077 D	23.12.1998 15.05.2000 23.05.2000 31.05.2000
US5910324 A	08.06.1999	DE29520473 U WO9723347 A1 EP0813472 AB DE59608266 D	28.03.1996 03.07.1997 29.12.1997 03.01.2002
DE19530295 C1	30.01.1997	NONE	
JP59-004999 A	11.01.1984	NONE	
US3935004 A	27.01.1976	NO750715 A BR7501518 A JP51107213 A	12.05.1976 10.08.1976 22.09.1976
US3941588 A	02.03.1976	NONE	
US4564393 A	14.01.1986	GB2112020 AB US4648901 A	13.07.1983 10.03.1987
US4880462 A	14.11.1989	WO8800620 A1 DE3624005 A EP275289 AB JP1500527 T DE3767698 D	28.01.1988 28.01.1988 27.07.1988 23.02.1989 28.02.1991
US4595558 A	17.06.1986	NONE	
US3788839 A	29.01.1974	NONE	
GB2117409 A	12.10.1983	NONE	



**A. CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD**
**CIP<sup>7</sup> C22C1/02, B30B15/30, 11/02**

De acuerdo con la Clasificación Internacional de Patentes (CIP) o según la clasificación nacional y la CIP.

**B. SECTORES COMPRENDIDOS POR LA BÚSQUEDA**

Documentación mínima consultada (sistema de clasificación, seguido de los símbolos de clasificación)

**CIP<sup>7</sup> C22C1/02, C22C21/00, B30B11, B30B15/30, B22F**

Otra documentación consultada, además de la documentación mínima, en la medida en que tales documentos formen parte de los sectores comprendidos por la búsqueda

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda internacional (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

**EPODOC, WPI, PAJ, CIBEPAT**
**C. DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES**

Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones
X A	US4171215 A (DREMANN) 16.10.1979, columna 1, líneas 65-68; columna 2, líneas 21-33; columna 3, líneas 8-27; columna 5, líneas 35,36.	1 2
A	US4581069 A (ZUBER) 08.04.1986, columna 2, líneas 21-25; columna 3, líneas 3-5, 25-32; columna 4, líneas 22-25; reivindicaciones 10-14.	1, 2
Y	WO9732716 A1 (SCHERING AG) 12.09.1997, todo el documento.	4, 5
Y	US5910324 A (KOCH) 08.06.1999, columna 3, líneas 50-53; figura 1.	4, 5
A	DE19530295 C1 (EOS GmbH ELECTRO OPTICAL SYSTEMS) 30.01.1997, columna 1, líneas 48-52; columna 3, líneas 12-34; figura 2.	4

☒ En la continuación del recuadro C se relacionan otros documentos ☒ Los documentos de familia de patentes se indican en el anexo

\* Categorías especiales de documentos citados:

"A" Documento que define el estado general de la técnica no considerado como particularmente relevante.

"E" Solicitud de patente o patente anterior pero publicada en la fecha de presentación internacional o en fecha posterior.

"L" Documento que puede plantear dudas sobre una reivindicación de prioridad o que se cita para determinar la fecha de publicación de otra cita o por una razón especial (como la indicada).

"O" Documento que se refiere a una divulgación oral, a una utilización, a una exposición o a cualquier otro medio.

"P" Documento publicado antes de la fecha de presentación internacional pero con posterioridad a la fecha de prioridad reivindicada.

"T" documento ulterior publicado con posterioridad a la fecha de presentación internacional o de prioridad que no pertenece al estado de la técnica pertinente pero que se cita por permitir la comprensión del principio o teoría que constituye la base de la invención.

"X" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse nueva o que implique una actividad inventiva por referencia al documento aisladamente considerado.

"Y" documento particularmente relevante; la invención reivindicada no puede considerarse que implique una actividad inventiva cuando el documento se asocia a otro u otros documentos de la misma naturaleza, cuya combinación resulta evidente para un experto en la materia.

"&amp;" documento que forma parte de la misma familia de patentes.

Fecha en que se ha concluido efectivamente la búsqueda internacional: 12 de julio de 2002

Fecha de expedición del informe de búsqueda internacional  
15 JUL 2002 15. 07. 02

Nombre y dirección postal de la Administración encargada de la búsqueda internacional O.E.P.M.

Funcionario autorizado:  
BÁRBARA LÓPEZ DE QUINTANA PALACIOS

C/ Panamá 1, 28071 Madrid, España.  
Nº de fax + 34 91 3495379

Tfno: +34 913493026

C (Continuación). DOCUMENTOS CONSIDERADOS RELEVANTES		
Categoría*	Documentos citados, con indicación, si procede, de las partes relevantes	Relevante para las reivindicaciones
A	JP59-004999 A (TOSHIBA CORP) 11.01.1984 (resumen) [CD-ROM]. Recuperado de : Patent Abstracts of Japan.	3, 5
A	US3935004 A (FAUNCE) 27.01.1976, columna 4, línea 22 – columna 5, línea 22.	1, 2
A	US3941588 A (DREMAN) 02.03.1976, columna 4, líneas 18-26, 52-55; columna 5; líneas 37-59.	1, 2
A	US4564393 A (MURRAY et al.) 14.01.1986, reivindicaciones 1, 3, 7, 9, 13.	1, 2
A	US4880462 A (MEYER-GRUNÖW) 14.11.1989, columna 1, líneas 55-64; columna 2, líneas 32, 33, 58-60; columna 3, líneas 9-20, 32-40.	1, 2
A	US4595558 A (BALDWIN et al.) 17.06.1986, todo el documento.	1, 2
A	US3788839 A (FAUNCE) 29.01.1974, todo el documento.	1, 2
A	GB2117409 A (SOLMET ALLOYS LIMITED) 12.10.1983, todo el documento.	1, 2

# **INFORME DE BÚSQUEDA INTERNACIONAL** Información relativa a miembros de familias de patentes

Solicitud internacional n.  
 PCT/ES02/00161

Documento de patente citado en el informe de búsqueda	Fecha de publicación	Miembro(s) de la familia de patentes	Fecha de publicación
US4171215 A	16.10.1979	Ninguno	
US4581069 A	08.04.1986	Ninguno	
WO9732716 A1	12.09.1997	EP0885113 AB AT192075 T JP2000506070 T DE59605077 D	23.12.1998 15.05.2000 23.05.2000 31.05.2000
US5910324 A	08.06.1999	DE29520473 U WO9723347 A1 EP0813472 AB DE59608266 D	28.03.1996 03.07.1997 29.12.1997 03.01.2002
DE19530295 C1	30.01.1997	Ninguno	
JP59-004999 A	11.01.1984	Ninguno	
US3935004 A	27.01.1976	NO750715 A BR7501518 A JP51107213 A	12.05.1976 10.08.1976 22.09.1976
US3941588 A	02.03.1976	Ninguno	
US4564393 A	14.01.1986	GB2112020 AB US4648901 A	13.07.1983 10.03.1987
US4880462 A	14.11.1989	WO8800620 A1 DE3624005 A EP275289 AB JP1500527 T DE3767698 D	28.01.1988 28.01.1988 27.07.1988 23.02.1989 28.02.1991
US4595558 A	17.06.1986	Ninguno	
US3788839 A	29.01.1974	Ninguno	
GB2117409 A	12.10.1983	Ninguno	